

学校编码: 10384

学号: 200436021

分类号_____密级_____

UDC_____

廈門大學

碩 士 學 位 論 文

Rietveld 方法在无机材料中的一些应用

Applications of Rietveld Method in Inorganic Materials

刘晓轩

指导教师姓名: 宓锦校 教授

专 业 名 称: 材料学

论文提交日期: 2006 年 6 月

论文答辩时间: 2006 年 6 月

学位授予日期: 2006 年 月

答辩委员会主席: _____

评阅人: _____

200 年 月

厦门大学学位论文原创性声明

兹呈交的学位论文，是本人在导师指导下独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考的其他个人或集体的研究成果，均在文中以明确方式标明。本人依法享有和承担由此论文产生的权利和责任。

声明人（签名）：

年 月 日

厦门大学学位论文著作权使用声明

本人完全了解厦门大学有关保留、使用学位论文的规定。厦门大学有权保留并向国家主管部门或其指定机构送交论文的纸质版和电子版,有权将学位论文用于非赢利目的的少量复制并允许论文进入学校图书馆被查阅,有权将学位论文的内容编入有关数据库进行检索,有权将学位论文的标题和摘要汇编出版。保密的学位论文在解密后适用本规定。

本学位论文属于

1.保密 (), 在年解密后适用本授权书。

2.不保密 ()

(请在以上相应括号内打“√”)

作者签名: 日期: 年 月 日

导师签名: 日期: 年 月 日

摘 要

利用X射线多晶衍射进行全谱拟合的Rietveld方法是材料科学中一种有效的研究方法。本文利用基于该原理设计的计算机程序GSAS和X'pert plus, 结合自己的工作探索Rietveld方法在无机材料结构研究领域的一些应用, 包括晶体结构精修、相变以及定量相分析。

1. 晶体结构精修。利用GSAS软件精修了未知结构化合物 $\text{Li}_9\text{Ga}_3(\text{P}_2\text{O}_7)_3(\text{PO}_4)_2$ 的晶体结构参数。该化合物为三方晶系, 空间群为 $P3c1(158)$, 晶体学参数为: $a=9.72879(13)\text{ \AA}$, $c=13.5827(3)\text{ \AA}$, $V=1113.36(3)\text{ \AA}^3$, $Z=2$ 。程序中利用Pseudo-Voigt模型进行峰型拟合, March-Dollase模型进行择优取向校正, 精修参数65个。最后精修结果为 $R_p=4.7\%$, $R_{wp}=6.1\%$, $R_{exp}=4.9\%$, $S=1.24$ 。该化合物晶体结构由平行于(001)面的 $^2_7[(\text{GaP}_2\text{O}_7)_3(\text{PO}_4)_2]^9$ 层构成, 层间被 Li^+ 隔开。 $[\text{GaO}_6]$ 八面体与一个 $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ 焦磷酸根共享两个邻近的O(4)原子, 与另外两个 $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ 焦磷酸根共享O(5)原子, 剩下的两个O(3)原子连接两个 $[\text{P}(1)\text{O}_4]$ 四面体。

2. 相变研究。利用原位低温粉末X射线衍射的测试方法, 在从室温到8K的温度范围内测定了 DyVO_4 的衍射图谱, 并观察到其在14K时发生可逆移位型相变, 空间群对称性从 $I4_1/amd$ 降到 $Imma$ 。利用EXPO和GSAS程序, 从头法测定了 DyVO_4 在8K时的晶体结构。8K时正交相的 a 轴轴长($a_o=7.11727(7)\text{ \AA}$)比200K时四方相的轴长($a_t=7.13349(5)\text{ \AA}$)缩短约 0.016 \AA , 而 b 轴轴长反而伸长约 0.016 \AA , c 轴轴长变化不大。

3. 定量相分析。利用X'pert plus程序, 对不同质量比的石英和刚玉粉末的混合物样品进行了相含量的定量分析, 分析结果与原始配比显示出了很好的一致性。说明Rietveld全谱拟合方法可以有效的用于多相粉末的定量相分析。利用这种方法, 测定了国药集团生产的 TiO_2 中金红石相和锐钛矿相的含量。

关键词: Rietveld法; 晶体结构精修; 定量相分析

Abstract

Rietveld whole-pattern fitting method using X-ray powder diffraction data is an efficient method in materials science research. In this paper, the computer program GSAS and X'pert plus which based on this principle were used to explore some of the applications of the Rietveld method in the field of inorganic materials, including refinement of crystal structure, phase transition and quantitative phase analysis (QPA).

1. Refinement of crystal structure

The crystal structure of $\text{Li}_9\text{Ga}_3(\text{P}_2\text{O}_7)_3(\text{PO}_4)_2$ was refined by GSAS using X-ray powder diffraction data. The compound crystallizes in the trigonal space group $P3c1(158)$ with the following crystallographic parameters: $a=9.72879(13)\text{ \AA}$, $c=13.5827(3)\text{ \AA}$, $V=1113.36(3)\text{ \AA}^3$, $Z=2$. There are 65 parameters to be used in refinement. The profile function set up for this Rietveld refinement is the one with the pseudo-Voigt description of the profile shape. March–Dollase formulation was used for preferred orientation correction. The final refinement gives results with $R_p=4.7\%$, $R_{wp}=6.1\%$, $R_{exp}=4.9\%$, $S=1.24$. The structure consists of $2_{\infty}[(\text{GaP}_2\text{O}_7)_3(\text{PO}_4)_2]^9$ corrugated layers, parallel to (001), separated by lithium ions. The layers are built up of $[\text{GaO}_6]$ octahedra sharing corners with $[\text{PO}_4]$ tetrahedra and $[\text{P}_2\text{O}_7]$ groups.

2. Phase transition research

X-ray powder data of DyVO_4 have been collected by in situ XRD from room temperature down to 8K, and a reversible displacive phase transition was observed at 14K. By contrast with high temperature phase of DyVO_4 , the space group of low temperature phase was lowered from $I4_1/amd$ to $Imma$. The crystal structure of its low temperature phase has been ab initio determined by EXPO and GSAS. a_o (orthorhombic phase at 8K) is about 0.016 \AA shorter than a_t (tetragonal phase at 200K), and b_o is about 0.016 \AA longer than b_t , c_o is almost the same with c_t .

3. Quantitative phase analysis

The quantitative analysis of specimens which were the mixture powder of quartz and corundum with the different weight ratios, were studied by using X'pert plus

computer program. The results are almost consistent with the original weight ratios of quartz and corundum in the specimens. It means Rietveld whole-pattern fitting method can validly be used for the quantitative phase analysis of multiphase powder. Based on this method, we determined the quantity of Anatase and Rutile in TiO_2 which produced by China National Pharmaceutical Group Corporation.

Key Words: Rietveld Method; Crystal Structure Refinement; Quantitative Phase Analysis

目录

摘 要.....	I
Abstract.....	II
第一章 Rietveld 方法介绍	1
1.1 引言.....	1
1.2 Rietveld 方法的数学原理	2
1.3 Rietveld 方法中的各因子	4
1.4 Rietveld 方法测定晶体结构的步骤	10
1.5 Rietveld 方法定量相分析原理	12
1.6 Rietveld 方法在无机材料研究中的应用	13
1.7 本文工作	16
参考文献	17
第二章 实验试剂与仪器	19
2.1 实验试剂	19
2.2 实验仪器	20
第三章 化合物 $\text{Li}_9\text{Ga}_3(\text{P}_2\text{O}_7)_3(\text{PO}_4)_2$ 的合成与结构精修	21
3.1 引言.....	21
3.2 实验.....	21
3.2.1 样品合成.....	21
3.2.2 多晶样品 X 射线衍射分析	22
3.2.3 EDX 能谱分析	23
3.2.4 红外光谱分析.....	25
3.3 $\text{Li}_9\text{Ga}_3(\text{P}_2\text{O}_7)_3(\text{PO}_4)_2$ 晶体结构精修	26
3.3.1 指标化.....	26
3.3.2 初始结构模型的确定与精修.....	28
3.3.3 $\text{Li}_9\text{Ga}_3(\text{P}_2\text{O}_7)_3(\text{PO}_4)_2$ 的结构描述	30
参考文献	33
第四章 化合物 DyVO_4 低温相的结构与相变	35
4.1 引言.....	35
4.2 DyVO_4 多晶粉末的低温 X 射线衍射	37
4.3 结果与讨论	38
4.3.1 DyVO_4 高温相晶体结构精修	38
4.3.2 DyVO_4 低温相晶体结构测定	38

参考文献	50
第五章 Rietveld 法定量相分析	53
5.1 引言	53
5.2 标准实验	55
5.3 二氧化钛粉体的 Rietveld 方法法定量相分析	58
5.4 结果与讨论	60
参考文献	62
第六章 结论	64
附录一	65
附录二	71
致谢	72

CONTENTS

Abstract (Chinese)	I
Abstract.....	II
Chapter 1 Rietveld Method.....	1
1.1 Introduction.....	1
1.2 Principle of Rietveld method.....	2
1.3 Factors of Rietveld method	4
1.4 Processes of crystal structure determination using Rietveld method	10
1.5 Principle of quantitative phase analysis using Rietveld method	12
1.6 Applications of Rietveld method in inorganic materials	13
1.7 Works of this thesis	16
Reference.....	17
Chapter 2 Reagents and Instruments	19
2.1 Reagents	19
2.2 Instruments.....	20
Chapter 3 Synthesis and Structure refinement of compound	
Li₉Ga₃(P₂O₇)₃(PO₄)₂	21
3.1 Introduction.....	21
3.2 Experiment	21
3.2.1 Synthesis	21
3.2.2 X-Ray powder diffraction analysis	22
3.2.3 EDX analysis	23
3.2.4 IR spectrum analysis	25
3.3 Crystal structure refinement of Li ₉ Ga ₃ (P ₂ O ₇) ₃ (PO ₄) ₂	26
3.3.1 Indexing	26
3.3.2 Determination of initial model and structure refinement.....	28
3.3.3 Description of crystal structure of Li ₉ Ga ₃ (P ₂ O ₇) ₃ (PO ₄) ₂	30
Reference.....	33
Chapter 4 Crystal structure and phase transition of DyVO₄ at low	
temperature	35
4.1 Introduction.....	35

4.2 X-Ray powder diffraction analysis of DyVO ₄ at low temperature.....	37
4.3 Results and Discussion.....	38
4.3.1 Crystal structure refinement of high temperature phase DyVO ₄	38
4.3.2 Crystal structure determination of low temperature phase DyVO ₄	38
Reference.....	50
Chapter 5 Quantitative phase analysis using Rietveld method.....	53
5.1 Introduction.....	53
5.2 Standard experiment	55
5.3 Quantitative phase analysis of TiO ₂ using Rietveld method	58
5.4 Results and Discussion.....	60
Reference.....	62
Chapter 6 Conclusion	64
Appendix 1.....	65
Appendix 2.....	71
Acknowledgement.....	72

第一章 Rietveld 方法介绍

1.1 引言

1895 年伦琴偶然发现了 X 射线的存在，其通过物质所发生的吸收、激发和衍射现象，使 X 射线在材料科学等许多领域得到广泛的应用。X 射线的发现和研究，对二十世纪的物理学乃至整个科学技术的发展产生了巨大而深远的影响，基于这一划时代的贡献，伦琴于 1901 年荣获首届诺贝尔物理学奖。

X 射线的发现标志现代物理学的诞生，它直接导致 1896 年放射性的发现，极大推动了物理学、化学、生物学、地学和医学等学科的发展。许多科学家基于对 X 射线的研究获得诺贝尔奖。1912 年劳厄发现 X 射线的衍射现象，提出了劳厄方程，证明了 X 射线具有波动性。劳厄也因此获得了 1914 年诺贝尔物理学奖。布拉格父子基于劳厄的发现，利用 X 射线衍射方法测定了 NaCl 和 KCl 等晶体结构，使人类可以利用 X 射线衍射测定晶态物质在原子水平上的结构，得到详细的结构数据：原子间的键长、键角、扭角、分子的立体构型、原子和分子的排列堆积、非化学计量的程度和热振动参数等等。他们的工作打开了晶体结构分析的大门，给物质结构的研究带来了根本性的变化，发展了晶体学，他们两人也因此同时获得 1915 年诺贝尔物理学奖。

物质的晶体结构是指原子在晶胞中的分布，与物质的物理、化学性质密切相关，微观结构决定宏观性质。详细而准确的揭示材料中原子的组成、位置、占位度及能量状态，有助于更有效的揭示材料的性能，改进生产工艺和扩大其应用范围。这些参数通常借助电子、中子及其它电磁辐射的散射、散射所提供的二维倒易空间信息来得到，但往往要求样品为单晶。由于符合单晶结构分析标准的晶体通常难以获得，而且新材料的发现，以及许多在实践上有广泛应用的材料也大多属于多晶态，如超导材料。此外，多晶样品能够方便的进行高温、低温、强电磁场，高压下的实验，研究物质的相变。因此，仅仅依靠单晶衍射来进行结构测定显然不能适应材料研究快速发展的现状。通过多晶 X 射线衍射准确的揭示材料中原子的排布规律无论在实践上还是理论上都有极其重要的意义。

1916 年 Debye 和 Sherrer 发明了粉末衍射，至今已有 90 多年的历史。它在研究多晶聚集态的结构方面做出了巨大贡献，成为材料研究中不可缺少的工具。

由于多重性因子的影响，使得粉末衍射图谱中大量面网间距相同的衍射峰重叠，导致没有足够多的独立反射结构因子 F 来计算出高分辨电子密度图和结构精修，因而极大的限制了粉末 X 射线衍射法在结构解析中的应用。

1967 年 Rietveld 首次提出全谱拟合的思想^[1]，采用衍射图谱每一点的强度值 $Y_{(2\theta)_i}$ 代替 F_{HKL} ，解决数据点不够多的问题，从而保证了结构精修的统计准确性。1969 年，Rietveld 方法正式出版^[2]，当时 Rietveld 法主要应用于粉末中子衍射的晶体结构分析。

Rietveld 方法经过近四十年的发展，现在不仅可用于常规的无机材料、矿物、金属化合物、有机材料及生物材料的晶体结构及微结构分析，还可以在材料的高温高压及特殊气氛条件下进行结构分析，为揭示固相反应制备的材料结构与性能的关系和改进制备工艺提供了一种可靠的方法。

1.2 Rietveld 方法的数学原理^[3]

Rietveld 方法就是利用电子计算机程序逐点比较衍射强度的计算值和实测值，用最小二乘法调节结构原子参数和峰形参数，使计算峰形和实测峰型符合。在最小二乘方法精修过程中，要达到最小化的量值称为残差 S_y ：

$$S_y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (1)$$

其中：

w_i 为权重因子，一般取 $1/y_i$ ； y_i 是点 i 处的实测强度值； y_{ci} 是点 i 处的计算强度值；而加和是对所有数据点进行的。

Rietveld 方法只对结构进行精修，而不对结构进行解析，因此需要一个尽量合理的初始结构模型。不过 Rietveld 方法仍是结构解析软件包中的重要组成部分。一般的，在谱图任意点 i ，实测强度 y_i 是由许多 Bragg 反射共同参与形成的。而计算强度 y_{ci} 则是通过对结构模型中一定邻近范围内各 Bragg 反射的贡献进行累加计算的 $|F_K|^2$ 值，再加上背底值来决定的，并且还要考虑表面粗糙度和消光等因素。

$$y_{ci} = s \sum_K L_K |F_K|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_K) P_K A S_r E + y_{bi} \quad (2)$$

其中：

s 是比例因子；

K 代表 Bragg 反射的 Miller 指数 h, k, l ;

L_K 包含 Lorentz、偏振和多重性因子;

ϕ 是反射峰型函数;

P_K 是择优取向函数;

A 是吸收因子, 有效吸收因子 A 随衍射仪几何设计的不同而变;

S_r 是表面粗糙度因子;

E 是消光因子;

F_K 是第 K 个 Bragg 反射的结构因子;

y_{bi} 是点 i 处的背底强度。

在许多 Rietveld 方法的应用程序中, 两种 K_α 波长 X 射线强度之比已由 $|F_K|^2$ 的计算过程包括在内了, 因此只需要一个比例因子。

使用最小二乘方法过程, 首先需要建立一套正规方程, 将所有计算强度 y_{ci} 对每个可调参数的微分包含在内, 然后将对应正规矩阵求逆来求解。正规矩阵的阵元 M_{jk} 由以下公式来计算:

$$M_{jk} = -\sum_i 2w_i \left[(y_i - y_{ci}) \frac{\partial^2 y_{ci}}{\partial x_j \partial x_k} - \left(\frac{\partial y_{ci}}{\partial x_j} \right) \left(\frac{\partial y_{ci}}{\partial x_k} \right) \right] \quad (3)$$

其中 x_i 和 x_k 是同一套可调参数。在这个算法中的实际应用中, 一般总是将 $(y_i - y_{ci})$ 项删除后来估算这些阵元。

下面就是建造一个 $m \times m$ 矩阵并求逆。 m 是待精修参数的数目。因残差函数是非线性的, 故必须通过迭代法求解, 其中, 待精修参数的位移量 Δx_k 由下式计算:

$$\Delta x_k = \sum_i M_{jk}^{-1} \left(\frac{\partial S_y}{\partial x_k} \right) \quad (4)$$

将计算所得位移量加到初始参数上去, 生成修正得更好的模型。整个过程就是进行如此的反复迭代。因为可调参数与强度之间的关系是非线性的, 所以初始模型必须接近正确模型, 否则非线性最小二乘方法不能收敛到全局最小。

待精修的模型参数不仅包括原子位置参数、热参数、位置占有率参数等, 而且还包括背底、晶格、仪器的几何与光学特性、样品偏差 (样品位置偏移及透明度等)、存在无定形组分等, 还有晶粒大小和微应力作用造成样品反射图谱峰加

宽等。Rietveld 方法可以对多相体系的各相同时进行精修，而且，对各相各自的整体比例因子进行相对分析大概是当前进行物相定量分析的最可靠方法。经常用到的精修参数按类型列于表 1.1。

表 1.1 能够同时进行精修的参数

针对每个存在的物相（例如 1~8 个物相）的参数	针对全局的参数
晶胞中第 j 个原子的位置坐标 (x_j 、 y_j 、 z_j)	2θ 零点
晶胞中第 j 个原子的各向同性热参数 (B_j)	仪器峰型
晶胞中第 j 个原子的位置占有率因子 (N_j)	峰型不对称性
晶胞中第 j 个原子的各向异性热参数 (β_{jmn} , $m=1\sim3$, $n=1\sim3$)	背底（分析函数中的各参数，如采用 5 次多项式指数之和，或无定形组分的 RDF 等）
比例因子（注意其进行物相定量分析的可能性）	波长
样品谱峰宽度参数	样品位置偏移
晶格参数	样品透过率
整体热参数（温度因子）	吸收
择优取向	表面粗糙度
晶粒大小与微应力（通过峰型参数体现）	
消光	

1.3 Rietveld 方法中的各因子

1.3.1 Rietveld 方法中的峰型函数^[3]

在绝大多数广泛应用的程序中所使用的反射峰型分析函数，包括两种不同的准 Voigt 函数、Pearson VII 函数、Gaussian 函数、Lorentzian 函数以及改进 Lorentzian 函数等，列于表 1.2 中。

表 1.2 一些常用的对称峰型分析函数

函数名称与表达式

(a) Gaussian('G'): $\frac{C_0^{1/2}}{H_K \pi^{1/2}} \exp\left[-\frac{C_0(2\theta_i - 2\theta_K)^2}{H_K^2}\right]$, 其中 $C_0 = 4 \ln 2$

(b) Lorentzian('L'): $\frac{C_1^{1/2}}{H_K \pi} \cdot \frac{1}{\left[1 + \frac{C_1(2\theta_i - 2\theta_K)^2}{H_K^2}\right]}$, 其中 $C_1 = 4$

(c) Mod 1 Lorentzian: $\frac{2C_2^{1/2}}{H_K \pi} \cdot \frac{1}{\left[1 + \frac{C_2(2\theta_i - 2\theta_K)^2}{H_K^2}\right]^2}$, 其中 $C_2 = 4\left(2^{\frac{1}{2}} - 1\right)$

(d) Mod 2 Lorentzian: $\frac{C_3^{1/2}}{2H_K} \cdot \frac{1}{\left[1 + \frac{C_3(2\theta_i - 2\theta_K)^2}{H_K^2}\right]^{\frac{3}{2}}}$, 其中 $C_3 = 4\left(2^{\frac{2}{3}} - 1\right)$

(e) Pearson VII ('PVII'): $\frac{C_4}{H_K} \left[1 + 4\left(2^{\frac{1}{m}} - 1\right) \frac{(2\theta_i - 2\theta_K)^2}{H_K^2}\right]^{-m}$ 可以看出, $m=1$ 时,

PVII 函数就是 Lorentzian 函数; $m=\infty$ 时, 它就是 Gaussian 函数。

(f1) 低角度拼合 Pearson VII('SPVII-L'): $C_5 \left[1 + \left(\frac{1+A}{A}\right)^2 \left(2^{\frac{1}{m_L}} - 1\right) (2\theta_i - 2\theta_K)^2\right]^{-m_L}$

(f2) 高角度拼合 Pearson VII('SPVII-H'): $C_5 \left[1 + (1+A)^2 \left(2^{\frac{1}{m_H}} - 1\right) (2\theta_i - 2\theta_K)^2\right]^{-m_H}$

其中 $C_5 = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{(1+A)}{H_K} \left[\frac{A\Gamma(m_L - 0.5)}{\Gamma(m_L) \sqrt{2^{\frac{1}{m_L}} - 1}} + \frac{\Gamma(m_H - 0.5)}{\sqrt{2^{\frac{1}{m_H}} - 1}} \right]^{-1}$, A 是可精修不对称参数,

峰型参数 m_L 和 m_H 可对照前面的 PVII 函数, 作为 2θ 的函数分别进行精修。

(g) 准 Voigt('pV'): $\eta L + (1-\eta)G$ 。其中混合参数 η 可作为 2θ 的线性函数进行精修, 而 NA 、 NB 是可精修变量: $\eta = NA + NB \cdot (2\theta)$

(h) 修正 Thompson-Cox-Hastings 准 Voigt('TCHZ'): $TCHZ = \eta L + (1-\eta)G$ 。

以上峰型函数中, H_K 是第 K 个 Bragg 反射的半峰宽(FWHM)。对于角度色散数据, 反射峰型宽度 H 是用半高宽 (FWHM) 来表述的, Caglioti 等人在 1958 年提出如下公式:

$$H^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (5)$$

其中, U 、 V 、 W 是精修参数。该公式最早应用于中低分辨中子粉末衍射, 在简单 Gaussian 反射峰型函数上效果非常好。由于粉末衍射仪的需要, 以及 Guinier 照相机和真正高分辨中子粉末衍射仪的需要, 情况就复杂多了。仪器测得的峰型足够狭窄, 因而由于样品缺陷如晶粒大小或微应力所造成的固有衍射峰型加宽现象成了重要问题, 各种宽化作用不再像上述简单公式所表述的那样, 仅仅是某种依赖于角度的简单加合。如用数学描述, 那就是一种卷积的形式:

$$h(x) = \int g(x') f(x - x') dx' \quad (6)$$

其中

x 相当于公式(2)中的 $(2\theta - 2\theta_K)$, 而 x' 是该范围内的积分变量; $g(x)$ 是仪器峰型函数; $f(x)$ 是固有衍射峰型函数 (带有样品导致的谱图峰加宽效应); $h(x)$ 则是最终观测到的峰型函数。

很明显, 如果 $f(x)$ 真是一个 δ 函数, 那么只要 $g(x)$ 比 $f(x)$ 宽得多, 则最终观测到的峰型函数就几乎不受 $f(x)$ 的影响。如果 $f(x)$ 并不比 $g(x)$ 狭窄, 那么, 即使在 Rietveld 方法中, 也必须对 $f(x)$ 做近似模拟, 才能使峰型匹配得足够好, 从而能够对 Bragg 强度进行可靠估算。

1.3.2 Rietveld 方法中的消光因子^[3]

当晶粒大小达到或接近完美晶体时, 会产生消光现象, 相关的运动学理论要进行修正, 或让位于动力学理论。Sabin 提出, 在 Rietveld 方法中采用如下公式进行消光修正:

$$E(2\theta) = E_L \cos^2 \theta + E_B \sin^2 \theta \quad (7)$$

其中, E_L 和 E_B 明显与镶嵌块大小、波长和吸收系数有关, 是精修参数。通过精修后的 E_L 和 E_B , 可以推算出镶嵌块大小, 从而检测消光修正的合理性。

1.3.3 Rietveld 方法的择优取向校正^[3]

当样品中的晶粒在某一个或某几个方向上比在其它方向上有更强的取向趋

Degree papers are in the "[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)". Full texts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to etd@xmu.edu.cn for delivery details.

厦门大学博硕士论文摘要库